

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-44855

(P2000-44855A)

(43) 公開日 平成12年2月15日 (2000.2.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00	2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	E 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00		B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y 4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-211295

(22) 出願日 平成10年7月27日 (1998.7.27)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 窪田 和英

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100093388

弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク組成物および記録方法

(57) 【要約】

【課題】 記録媒体に、反応液とインク組成物とを用いて印字を行うインクジェット記録方法において、普通紙においても鮮明な印字が実現できかつ速乾性が確保できるインクジェット記録方法およびインク組成物の提供。

【解決手段】 反応剤が多価金属塩であり、表面張力が35mN/m以下の反応液と、表面張力が40mN/m以上で、少なくとも顔料、樹脂エマルジョン、水性有機溶媒、水とを含有するインク組成物とを用いるインクジェット記録方法であって、前記樹脂エマルジョンの0.1重量%水性分散液（分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度で0.1重量%）と多価金属塩含有水溶液とを混合した際に、添加した多価金属塩とポリマー微粒子の重量比（多価金属塩/ポリマー微粒子）が50以下で凝集物を形成することを特徴とするインク組成物およびインクジェット記録方法。

## Best Available Copy

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 記録媒体に多価金属塩を含有する反応液とインク組成物とを付着させて印字を行うインクジェット記録方法に用いるインク組成物であって、インク組成物が少なくとも顔料、樹脂エマルジョン、水溶性有機溶媒を含有し、かつ、当該インク組成物の2000倍希釈水溶液と1mol/kgの多価金属塩含有水溶液とを重量比3:1で混合した混合溶液の100秒後の透過率が、混合溶液初期の透過率に対して2%以上変化することを特徴とするインク組成物。

【請求項2】 前記インク組成物に含有される樹脂エマルジョンにおいて、分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度が0.1重量%である樹脂エマルジョン水溶液と多価金属塩含有水溶液とを混合した際に、多価金属塩とポリマー微粒子の重量比（多価金属塩/ポリマー微粒子）が50以下で凝集物を形成する事を特徴とする請求項1記載のインク組成物。

【請求項3】 前記インク組成物に含有される樹脂エマルジョンにおいて、分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度が0.1重量%である樹脂エマルジョン水溶液と、多価金属塩含有水溶液との混合において、重量比で多価金属塩/ポリマー微粒子=50で混合した混合溶液の700nmでの透過率が同波長での混合溶液初期の透過率の1/2となるのに要する時間が60秒以下である事を特徴とする請求項1または2記載のインク組成物。

【請求項4】 記録媒体に多価金属塩を含有する表面張力35mN/m以下の反応液と、表面張力40mN/m以上のインク組成物を付着させて印字を行うインクジェット記録方法であって、インク組成物が請求項1～3いずれか一項記載のインク組成物である事を特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項5】 インク組成物中の樹脂エマルジョンの添加量が分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度で3重量%以上である請求項4記載のインクジェット記録方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の背景】本発明は、インク組成物およびインクジェット記録方法に関し、詳しくは多価金属塩を含有する反応液と、少なくとも顔料、樹脂エマルジョン、水溶性有機溶媒、水を含有するインク組成物とを付着させて印字を行うインクジェット記録方法およびこれらの記録方法に用いるインク組成物に関する。

【0002】＜背景技術＞インクジェット記録方法は、インク組成物の小滴を飛翔させ、紙等の記録媒体に付着させて印刷を行う印刷方法である。この方法は、比較的安価な装置で高解像度、高品位な画像を、高速で印刷可能であるという特徴を有する。通常インクジェット記録に使用されるインク組成物は、水を主成分とし、これに着色成分および目詰まり防止等の目的でグリセリン等の

湿潤剤を含有したものが一般的である。

【0003】一方、インクジェット記録方法として、最近新たに、多価金属塩溶液を記録媒体に適用した後、少なくとも構造中に一つのカルボキシル基を有する染料を含有するインク組成物を適用する方法が提案されている（例えば、特開平5-202328号公報）。この方法においては、多価金属イオンと染料から不溶性複合体が形成され、この複合体の存在により、耐水性がありかつカラーブリードがない高品位の画像を得ることができる。とされている。

【0004】また、少なくとも浸透性を付与する界面活性剤または浸透性溶剤および塩を含有するカラーインクと、この塩との作用により増粘または凝集するブラックインクとを組合せて使用することにより、画像濃度が高くかつカラーブリードがない高品位のカラー画像が得られるという提案もなされている（特開平6-106735号公報）。また、特許第2675001号公報では多価金属塩を含む反応液とアニオン性基を含む染料インクを付着させる記録方法も提案されており、すなわち塩を含んだ第一の液と、インク組成物との二液を印字することで、良好な画像が得られるとするインクジェット記録方法が提案されている。

【0005】また、その他にも二液を印字するインクジェット記録方法が提案されている（例えば、特開平3-240557号公報、特開平3-240558号公報）。

【0006】また、特開平3-157464号公報では顔料、ポリマー分散剤、水性媒体およびアセチレングリコール系浸透剤からなり、水性媒体が揮発性有機溶剤と低級アルコールからなりインク中の添加量が0.5重量%～1重量%の範囲であるインク組成物が提案されている。しかし、このインク組成物は速乾性には優れるものの、普通紙に対する印字ではにじみが発生してしまう。

【0007】本発明では、二液を用いるインクジェット記録方法において、普通紙においても印字にじみのないシャープな印字が実現できかつ速乾性にも優れたインクジェット記録方法およびインク組成物の提供を目的とする。

## 【0008】

【発明の概要】本発明者等は、多価金属塩を含有する第一液と少なくとも顔料、樹脂エマルジョン、水溶性有機溶媒、水を含有するインク組成物を適応する記録方法において、多価金属塩とインク組成物との凝集反応性が高く、特にインク組成物中の樹脂エマルジョンとの凝集反応性が高い場合には普通紙上で高印字品質と印字速乾性を両立できるという知見を得た。本発明はかかる知見に基づくものである。

【0009】多価金属塩を含んでなる反応液と着色剤、樹脂エマルジョン、水溶性有機溶媒、水を少なくとも含

## Best Available Copy

(3)

3

有するインク組成物とを記録媒体に付着させて画像を形成するインクジェット記録方法においては、着色剤が顔料である場合、前記の反応液とインク組成物とが上質紙のみならず、あらゆる普通紙ならびに再生紙等の記録媒体表面で接触すると、前記インク組成物中の樹脂エマルジョンと顔料が反応液中の多価金属イオンと接触し、インク組成物中の分散状態が破壊され、顔料および前記樹脂エマルジョンが急速に凝集するため、顔料は紙等の記録媒体への浸透を抑制され、記録媒体の表面近傍に残る。この際、反応液中およびインク組成物中の水および水溶性有機溶媒は紙等の記録媒体内部へ浸透し、紙表面での水分が減少した後に、室温において樹脂エマルジョンの分散粒子であるポリマー微粒子同士が合一し融着して顔料を包含し皮膜を形成すると考えられる。

【0010】この際に、樹脂エマルジョンの多価金属イオンによる凝集反応の反応速度が速いほど、反応液およびインク組成物中の水および水性有機溶媒と顔料および樹脂エマルジョンとの分離が促進され速乾性が向上すると考えられる。

【0011】したがって、上記、反応液およびインク組成物を用いて得られる画像はにじみのない、色濃度が高く、印刷ムラの少ない高品位画像であって、かつ、速乾性、耐擦性、耐水性に優れ、紙等の記録媒体との定着性に優れたものとなる。また、カラー画像においては、異なる色の境界領域での不均一な色混じり、すなわちカラーブリードを有効に防止できる利点も有する。

【0012】ただし、この機構の説明は、前記樹脂エマルジョンを用いた場合の効果を説明するために述べたものであって、本発明はこの機構に限定して解釈されるものではない。

【0013】

【発明の具体的説明】＜インク組成物＞本発明のインク組成物は、記録媒体に多価金属塩を含有する反応液とインク組成物とを付着させて印字を行うインクジェット記録方法に用いるインク組成物であり、少なくとも顔料、樹脂エマルジョン、水性有機溶媒、水を含有し、多価金属塩を含有する反応液との反応性が高いものであることが好ましい。インク組成物の反応性は、該インク組成物の2000倍希釈水溶液と1mol/kgの多価金属塩含有水溶液とを重量比3:1で混合した混合溶液の100秒後の透過率を測定することによって決定され、本発明のインク組成物は、前記混合溶液の100秒後の透過率が混合溶液初期の透過率に対する変化が2%以上であることが好ましい。また、本発明のインク組成物はインク中に含有される樹脂エマルジョンが多価金属塩水溶液に対して高い凝集性を有するものであることが好ましい。

【0014】本発明のインク組成物に含有できる樹脂エマルジョンは、分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度が0.1重量%である樹脂エマルジョン水溶液と多価金属塩水溶液とを混合した際に、添加した多価金属

4

とポリマー微粒子の重量比（多価金属塩／ポリマー微粒子）が50以下で凝集物を形成可能であるという特徴を有する。また本発明に用いる事のできる樹脂エマルジョンは、分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度が0.1重量%である樹脂エマルジョン水溶液と多価金属塩含有透明水溶液とを重量比で多価金属塩／ポリマー微粒子=50で混合した混合溶液の700nmでの透過率が同波長での混合溶液初期の透過率の1/2となるまでの時間が60秒以下であるという特徴を有する事もできる。上記の樹脂エマルジョンの特性については以下の試験方法において判定可能である。

【0015】多価金属イオンに対する樹脂エマルジョンの凝集性は、分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度が0.1重量%である樹脂エマルジョン水溶液とあらかじめ一定濃度に調製された多価金属塩含有水溶液を混合し、混合液中の多価金属塩／ポリマー微粒子の重量比50以下の条件で凝集物が生成するか否かで判定可能である。

【0016】凝集反応の反応速度については、前記の0.1重量%樹脂エマルジョン水溶液と反応液との混合溶液の透過率の経時変化によって判定可能である。すなわち、樹脂エマルジョンと多価金属塩含有水溶液とを混合した場合、多価金属イオンと樹脂エマルジョンとの凝集反応が速いほど混合溶液の透過率変化も速くなる。このため、前記混合溶液の透過率の経時変化を調べることで、多価金属イオンと樹脂エマルジョンとの凝集反応速度が決定され、樹脂エマルジョンの特徴を明確にできる。

【0017】本発明の好ましい態様によればインク組成物に含有される樹脂エマルジョンは分散粒子であるポリマー微粒子の固形分濃度で0.01~40重量%の範囲で含有される事が好ましく、3~25重量%で含有されることがより好ましい。

【0018】本発明のインク組成物に含まれる樹脂エマルジョンは下記に示すモノマーを単独もしくは二種類以上のモノマーとを重合触媒と乳化剤の存在下で乳化重合することによって得ることができる。樹脂エマルジョンを構成するモノマー成分としては、一般的に乳化重合で使用されるアクリル酸エステル類、メタクリル酸エステル類、芳香族ビニル単量体、ビニルエステル類、ビニルシアン化合物類、ハロゲン化類、オレフィン類、ジエン類、重合可能な二重結合を二つ以上有する架橋性単量体類、さらには安定性付与などを目的としたアクリルアミド類、水酸基含有化合物等を例示することができ、通常はこれらを単独あるいは二種以上混合して使用することができる。また、特に、本発明のインク組成物に用いる樹脂エマルジョンは造膜性を有することが好ましい。

【0019】本発明に用いる顔料は、特別な制限なしに無機顔料、有機顔料を使用する事ができる。無機顔料としては、酸化チタンおよび酸化鉄に加え、コンタクト

## Best Available Copy

(4)

5

法、ファーンズ法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを使用する事ができる。また有機顔料としては、アゾ染料（アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などを含む）、多環式顔料（例えばフタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料など）、染料キレート（例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレートなど）、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどを使用できる。

【0020】本発明の好ましい態様によれば、これらの顔料は、分散剤で水性媒体中に分散させて得られた顔料分散液としてインクに添加されるのが好ましい。好ましい分散剤としては、顔料分散液を調製するのに慣用されている分散剤、例えば高分子分散剤、界面活性剤を使用する事ができる。なお、この顔料分散液に含まれる分散剤および界面活性剤が後記するインク組成物の界面活性剤としても機能するであろうことは当業者に明らかであろう。

【0021】インクへの顔料の添加量は、0.5～25重量%程度が好ましく、より好ましくは2～15重量%程度である。

【0022】本発明の好ましい態様によれば、インク組成物は糖を含有してなるのが好ましい。糖類の例としては、単糖類、二糖類、オリゴ糖（三糖類および四糖類を含む）および多糖類があげられ、好ましくはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノール、ガラクトース、アルドン酸、グルシニール、マルトース、セロビオース、ラクトース、スクロース、トレハロース、マルトトリオースなどがあげられる。ここで、多糖類とは広義の糖を意味し、アルギン酸、 $\alpha$ -シクロデキストリン、セルロースなど自然界に広く存在する物質を含む意味に用いることとする。

【0023】また、これらの糖類の誘導体としては、前記した糖類の還元糖（例えば、糖アルコール（一般式 $\text{HOCH}_2(\text{CHOH})_n\text{CH}_2\text{OH}$ （ここで、 $n=2\sim5$ の整数で表す）で表わされる）、酸化糖（例えば、アルドン酸、ウロン酸など）、アミノ酸、チオ糖などがあげられる。特に糖アルコールが好ましく、具体例としてはマルチトール、ソルビットなどがあげられる。

【0024】これらの糖類の含有量はインクの0.1～40重量%、好ましくは0.5～30重量%の範囲が適当である。

【0025】また、本発明の好ましい態様によれば、本発明に使用するインク組成物は低沸点有機溶剤を含んでなることが好ましい。低沸点有機溶剤の例としては、メタノール、エタノール、*n*-プロピルアルコール、*iso*-プロピルアルコール、*n*-ブタノール、*sec*-ブタノール、*ter*-ブタノール、*iso*-ブタノール、

6

*n*-ペンタノールなどがあげられる。特に一価アルコールが好ましい。

【0026】本発明の好ましい態様によれば、本発明に使用するインクはさらに高沸点有機溶剤を含んでなることが好ましい。

【0027】高沸点有機溶剤の好ましい例としては、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、1,2,6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレングリコール、トリエチレングリコール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパンなどの多価アルコール類、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテルなどの多価アルコールのアルキルエーテル類、尿素、2-ピロリドン、*N*-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、トリエタノールアミンなどがあげられる。

【0028】これら高沸点有機溶媒の添加量は、インクの0.5～40重量%が好ましく、より好ましくは2～20重量%の範囲である。また低沸点有機溶剤の添加量はインクの0.5～10重量%が好ましく、より好ましくは1.5～6重量%の範囲である。

【0029】その他、必要に応じて、pH調整剤、防腐剤、防カビ剤等を添加してもよい。

【0030】＜インクジェット記録方法＞本発明によるインクジェット記録方法は基本的に、記録媒体に反応液をインク組成物が付着される場所のみ選択的に付着させた直後に、インク組成物を印字する工程を含んでなるものであるが、インク組成物をまず付着させ、直後にインク組成物が付着した場所のみ選択的に反応液を印字する工程を含むことができる。

【0031】そして、本発明にあつては、反応液は多価金属塩を含有する、表面張力35mN/m以下の反応液であり、かつインク組成物が前述したインク組成物であり、かつ表面張力が40mN/m以上であるインクジェット記録方法である。本発明によるインクジェット記録方法により、色濃度の高い、にじみ、ムラの少ない印字を実現し、さらに、カラー画像においては、異なる色の境界領域での不均一な色混じり、すなわちカラーブリードを有効に防止できるとの利点も有するとともに普通紙上での速乾性も向上する。

【0032】＜反応液＞本発明において用いられる反応液は、表面張力が35mN/m以下であり、かつインク組成物と接触して凝集物を生成する反応剤として多価金属塩を

## Best Available Copy

(5)

7

含んでなる。凝集物は反応剤とインク組成物中の顔料ならびに樹脂エマルジョンとが接触することによって形成されるものと考えられる。本発明における反応剤としての多価金属塩とは、二価以上の多価金属イオンとこれら多価金属イオンに結合する陰イオンとから構成され、水に可溶性の塩が挙げられる。多価金属イオンの具体例としては、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Ba}^{2+}$ などの二価金属イオン、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ などの三価金属イオンがあげられる。陰イオンとしては、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{I}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{ClO}_3^-$ および $\text{CH}_3\text{COO}^-$ などがあげられる。

【0033】とりわけ、 $\text{Ca}^{2+}$ または $\text{Mg}^{2+}$ より構成される金属塩は、反応液のpH、得られる印刷物の品質という二つの観点から、好適な結果を与える。

【0034】これら多価金属塩のインク組成物中における濃度は印字品質、目詰まり防止の効果が得られる範囲で適宜決定されてよいが、好ましくは0.1~40重量%程度であり、より好ましくは5~25重量%程度である。

【0035】本発明の好ましい態様においては、多価金属塩は、二価以上の多価金属イオンと、これら多価金属イオンに結合する硝酸イオンまたはカルボン酸イオンとから構成され、水に可溶性のものであるのが好ましい。

【0036】ここで、カルボン酸イオンは、好ましくは炭素数1~6の飽和脂肪酸モノカルボン酸または炭素数7~11の炭素環式モノカルボン酸から誘導されるものである。炭素数1~6の飽和脂肪酸モノカルボン酸の好ましい例としては、蟻酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、吉草酸、イソ吉草酸、ピバル酸、ヘキサン酸などが挙げられる。特に蟻酸、酢酸が好ましい。

【0037】このモノカルボン酸の飽和脂肪酸炭化水素基上の水素原子は水酸基で置換されていてもよく、そのようなカルボン酸の好ましい例としては、乳酸が挙げられる。

【0038】さらに、炭素数6~10の炭素環式モノカルボン酸の好ましい例としては、安息香酸、ナフト酸等が挙げられ、より好ましくは安息香酸である。

【0039】本発明の好ましい態様によれば、反応液は、多価金属塩に加えて、ポリオールを含んでなる。ポリオールの好ましい具体例としては、多価アルコール、例えば、グリセリン、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレングリコール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、1, 5-ペンタンジオール、1, 4-ブタンジオールなどが挙げられる。本発明の好ましい態様によれば、このポリオールの反応液に対する添加量は10重量%以上であるのが好ましく、より好ましくは10~30重量%程度である。

【0040】本発明の好ましい態様によれば、本発明に

8

使用する反応液は糖を含有してなるのが好ましい。糖の具体例としては、例えば単糖類、二糖類、オリゴ糖類（三糖類および四糖類を含む）および多糖類があげられ、好ましくはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ガラクトース、アルドン酸、グルシシール、ソルビット、マルトース、セロビオース、ラクトース、スクロース、トレハロース、マルトトリオース、などがあげられる。

【0041】これらポリオールならびに糖は単独で添加されても、二以上の混合物として添加されてもよい。

【0042】本発明の好ましい態様によれば、反応液は高沸点有機溶媒からなる湿潤剤を含んでなる。高沸点有機溶媒は、反応液の乾燥を防ぐことによりヘッドの目詰まりを防止する。

【0043】高沸点有機溶媒の好ましい例としては、前記ポリオールとも一部重なるが、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレングリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパンなどの多価アルコール類；エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテルなどの多価アルコールのアルキルエーテル類、尿素、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、トリエタノールアミンなどが挙げられる。

【0044】高沸点有機溶媒の添加量は特に限定されないが、このましくは0.5~40重量%程度であり、より好ましくは2~20重量%程度である。

【0045】本発明の好ましい態様によれば、反応液はその他、必要に応じて、pH調整剤、防腐剤、防カビ剤等を添加してもよい。

【0046】また、この反応液は、着色剤を添加して着色され、インク組成物の機能を兼ね備えたものとされてもよい。

【0047】

【発明の実施の形態】以下本発明を以下の実施例によって詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0048】＜樹脂エマルジョン＞攪拌機、還流冷却器、滴下装置および温度計と窒素導入管を備えた反応容器に蒸留水200ml、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.6gを仕込み、窒素雰囲気中で攪拌しながら70℃まで加温し、さらに過硫酸アンモニウム2gを

(6)

9  
添加する。一方、ブチルアクリレート40g、スチレン50g、アクリルアミド5g、アクリル酸5g、t-ブチルメルカプタン0.15gを混合溶解してこれを前記反応容器中に滴下する。さらに、70℃で6時間反応させた後、常温まで冷却し、中和剤としてアンモニア水\*

10  
\*を添加してpH調整をし、10μmのフィルターで濾過して目的の樹脂エマルジョンを得る。

【0049】＜反応液＞以下に記載する成分を混合し、反応液とした。

【0050】

＜反応液1＞

硝酸マグネシウム・六水和物	25.6重量%
(硝酸マグネシウム重量 14.8wt%)	
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	10重量%
サーフィノール465	1重量%
グリセリン	10重量%
イオン交換水	残量
表面張力: 28mN/m	

＜反応液2＞

硝酸マグネシウム・六水和物	34.6重量%
(硝酸マグネシウム重量 20wt%)	
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	5重量%
サーフィノール465	0.5重量%
グリセリン	10重量%
イオン交換水	残量
表面張力: 32mN/m	

＜反応液3＞

硝酸マグネシウム・六水和物	25.6重量%
(硝酸マグネシウム重量 14.8wt%)	
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	3重量%
グリセリン	10重量%
イオン交換水	残量
表面張力: 50mN/m	

＜樹脂エマルジョンの凝集性の評価＞前記樹脂エマルジョンの0.1重量%水分散液（固形分濃度で0.1重量%）を調製し、この水分散液を4g採取し、その後この水分散液に前記反応液1を1g添加し凝集物の発生の有無を目視で確認する。（重量比：多価金属塩／樹脂成分＝37）

A：凝集物の発生あり。

NG：凝集物の発生無し。

【0051】＜透過率の経時変化＞前記樹脂エマルジョンの0.1重量%水分散液（固形分濃度で0.1重量%）4gをそれぞれ分光光度計測定用石英セル中に採取した後、同石英セル中に反応液2を1g添加し、反応液を添加した時間をゼロとして700nmでの透過率の経時変化を測定する（重量比：多価金属塩／樹脂成分＝50）。

【0052】透過率測定は分光光度計（日立製作所製U-3300）で行い、混合溶液の700nmでの透過率が初※

※期透過率（混合直後の透過率）の1/2となるまでの時間を求め以下の基準で評価する。

A：60秒以内で透過率が1/2となる。

B：透過率が1/2となる時間が60秒以上である。

【0053】樹脂エマルジョンの評価結果は以下の通りであった。

【0054】

【表1】

樹脂エマルジョンの凝集性	吸光度の経時変化
A	A

【0055】上記の樹脂エマルジョンを用いて、以下のインク組成物を常法に従い調製した。すなわち、インク組成物は着色剤成分の顔料を分散剤成分とともに分散した後、他の成分を加え混合し、10μmのフィルターで濾過してインク組成物とした。

【0056】

＜インク組成物＞

＜インク1＞

カーボンブラックRaven1080	5重量%
液媒体	
スチレン-アクリル共重合体・アンモニウム塩	1.5重量%

## Best Available Copy

(7)

11

(分子量7000、樹脂成分38wt%：分散剤)  
 樹脂エマルジョン  
 (樹脂成分30%) (固形分 1.5重量%)  
 マルチトール  
 グリセリン  
 インク交換水  
 表面張力：52mN/m

12

5重量%  
 7重量%  
 10重量%  
 残量

## &lt;インク2&gt;

カーボンブラックRaven1080  
 液媒体  
 スチレン-アクリル共重合体・アンモニウム塩  
 (分子量7000、樹脂成分38wt%：分散剤)  
 樹脂エマルジョン  
 (樹脂成分30%) (固形分 3重量%)  
 マルチトール  
 グリセリン  
 インク交換水  
 表面張力：48mN/m

5重量%  
 1.5重量%  
 10重量%  
 7重量%  
 10重量%  
 残量

## &lt;インク3&gt;

カーボンブラックRaven1080  
 液媒体  
 スチレン-アクリル共重合体・アンモニウム塩  
 (分子量7000、樹脂成分38wt%：分散剤)  
 マルチトール  
 グリセリン  
 インク交換水  
 表面張力：50mN/m

5重量%  
 1.5重量%  
 7重量%  
 10重量%  
 残量

<評価1>インク組成物1~4の2000倍希釈溶液を調製し、この水分散液を4g採取し、その後この水分散液に前記反応液1を1g添加し、反応液を添加した時間をゼロとして700nmでの混合溶液の透過率の経時変化を測定する。

【0057】透過率測定は分光光度計（日立製作所製U-3300）で行い、混合後100秒経過した時点での混合溶液の700nmでの透過率が初期透過率（混合直後の透過率）に対しての変化率を測定する。

A：変化率が5%以上。

B：変化率が2%以上~5%未満。

C：変化率が1%以上~2%未満。

NG：変化率が1%未満。

## 【0058】&lt;評価2&gt;

<印字にじみ>インクジェットプリンターMJ-700V2C（セイコーエプソン（株）製）を用いて、Xerox 4024 3R 721（ゼロックス（株）製）、Xerox R（ゼロックス（株）製、再生紙）の2紙に印刷を行った。印刷は反応液を100%dutyで印刷した後、ドットを印字した。

【0059】インク組成物によるドットの真円度を4πS/L<sup>2</sup>と定義したとき（ここで、Sはドット面積であり、Lはドットの周長である）、真円度を次のように評

価した。

A：両紙において、真円度が0.95以上~1の場合。

30 B：いずれかまたは両紙において、真円度が0.9以上~0.95未満の場合。

C：いずれかまたは両紙において、真円度が0.8以上~0.9未満の場合。

NG：いずれかまたは両紙において、真円度が0.8未満。

## 【0060】&lt;評価3&gt;

<速乾性評価>インクジェットプリンターMJ-700V2C（セイコーエプソン（株）製）を用いて、Xerox 4024 3R 721（ゼロックス（株）製）にベタパターンを印字し、速乾性評価を行なった。印刷は反応液を100%  
 40 %dutyで印刷した後、インク1~4によりベタパターンを印刷し、印刷部分に印刷に使用した紙と同じ紙を置き、その上から250g/cm<sup>2</sup>の荷重をかけ紙への裏移りの有無を調べ、紙への裏移りが無くなるまでの時間を測定する。

AAA：裏移りのなくなる時間が15秒未満。

AA：裏移りのなくなる時間が15秒以上~30秒未満。

A：裏移りのなくなる時間が30秒以上~60秒未満。

50 B：裏移りのなくなるまでの時間が60以上~90秒未満。

## Best Available Copy

(8)

13

NG：裏移りの無くなるまでの時間が90秒以上。

【0062】

【0061】なお反応液重量は20ng/dot、インク重量は40ng/dotとした。

【表2】

14

	インク	反応液	評価1	評価2	評価3
実施例1	インク1	反応液1	B	A	AA
実施例2	インク2	反応液1	A	A	AAA
比較例1	インク3	反応液3	NG	NG	NG

フロントページの続き

Fターム(参考) 2C056 FC01

2H086 BA53 BA55 BA59 BA60 BA62

4J039 AD01 AD02 AD04 AD08 AD10

AD12 AD15 BA04 BA10 BA17

BA30 BA31 BA32 BA36 BA37

BA38 BA39 BC12 BC19 BC38

BC39 BC47 BC60 BC63 BE01

BE09 BE33 CA06 EA10 EA36

EA38 EA43 EA47 GA24



# Best Available Copy

AN 2000-218192 [19] WPIDS

DNN N2000-164481 DNC C2000-066874

TI Ink composition for inkjet recording - contains a polyvalent metal salt, a pigment and a resin emulsion.

DC A97 E12 G02 P75 T04

PA (SHIH) SEIKO EPSON CORP

CYC 1

PI JP 2000044855 A 20000215 (200019)\* 8 C09D011-00

ADT JP 2000044855 A JP 1998-211295 19980727

PRAI JP 1998-211295 19980727

IC ICM C09D011-00

ICS B41J002-01; B41M005-00

AB JP2000044855 A UPAB: 20000508

NOVELTY - An ink composition used in the inkjet recording process where the printing process comprises attaching a reaction liquid including polyvalent metallic salt and the ink composition onto a recording medium, includes at least a pigment, a resin emulsion, and a water soluble organic solvent, and the permeability after 100 seconds of a mixture solution prepared by mixing 2000 times dilute aqueous solution of the ink composition and 1 mol/kg of polyvalent metallic salt-containing aqueous solution by 3 : 1 weight ratio is changed by more than 2 % to the permeability of the mixture solution in an initial period.

DETAILED DESCRIPTION - An amount of the resin emulsion in the ink composition is above 3 weight % by the concentration of the solid matter of the polymer fine particles as the dispersion particles.

USE - Effectively used in the inkjet recording process.

Dwg. 0/0

FS CPI EPI GMP1

FA AB; DCN

MC CPI: A12-W07D; E25; E35; G02-A04A; G05-F03

EPI: T04-G02C